

CF 017452
US
/ah

日本国特許庁

JAPAN PATENT OFFICE

1016301727

ITASHIIZUME et al.

AHY DKT. 03500. 017452

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年 8月 2日
Date of Application:

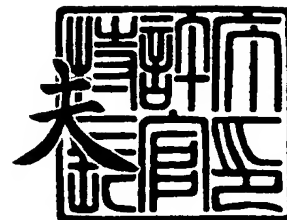
出願番号 特願2002-226262
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP 2002-226262]

出願人 キヤノン株式会社
Applicant(s):

2003年 8月18日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3067081

【書類名】 特許願

【整理番号】 4613042

【提出日】 平成14年 8月 2日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G03G 5/08

【発明の名称】 電子写真感光体製造方法、及び電子写真感光体、並びに
それを用いた電子写真装置

【請求項の数】 20

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会
社内

【氏名】 橋爪 淳一郎

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会
社内

【氏名】 岡村 竜次

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会
社内

【氏名】 江原 俊幸

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会
社内

【氏名】 古島 聡

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会
社内

【氏名】 松岡 秀彰

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子 3 丁目 3 0 番 2 号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 細井 一人

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子 3 丁目 3 0 番 2 号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 櫃石 光治

【特許出願人】

【識別番号】 000001007

【氏名又は名称】 キヤノン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100088328

【弁理士】

【氏名又は名称】 金田 暢之

【電話番号】 03-3585-1882

【選任した代理人】

【識別番号】 100106297

【弁理士】

【氏名又は名称】 伊藤 克博

【選任した代理人】

【識別番号】 100106138

【弁理士】

【氏名又は名称】 石橋 政幸

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 089681

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】	図面	1
【物件名】	要約書	1
【プルーフの要否】	要	

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電子写真感光体製造方法、及び電子写真感光体、並びにそれを用いた電子写真装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非単結晶材料からなる層を含む電子写真感光体の製造方法において、

第 1 ステップとして、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な成膜炉内に導電性の表面を有する基体を設置し、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、該基体上に少なくとも、非単結晶材料からなる第 1 の層を堆積する工程と、

第 2 ステップとして、第 1 の層を堆積した基体を、酸素および水蒸気を含むガスに晒す工程と、

第 3 ステップとして、成膜炉内で少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、該第 1 の層上に非単結晶材料から成る上部阻止層を含む第 2 の層を堆積させる工程と

を有することを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

【請求項 2】 前記の酸素および水蒸気を含むガスが、大気であることを特徴とする請求項 1 記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 3】 前記第 2 ステップにおいて、前記第 1 の層を堆積した基体を一旦、前記成膜炉から取り出すことにより大気に晒すことを特徴とする請求項 2 記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 4】 前記第 1 の層が、少なくともシリコン原子を母材とし、水素原子及び／またはハロゲンを含有する非単結晶質材料であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 5】 前記上部阻止層が、少なくともシリコン原子を母材とし、更に炭素、酸素、窒素原子の少なくとも 1 つを含有する非単結晶質材料であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 6】 前記上部阻止層が、更に導電性を制御する不純物原子を含有する非単結晶質材料であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載の電

子写真感光体の製造方法。

【請求項 7】 前記上部阻止層に含有される前記導電性を制御する不純物原子が、周期律表第 13 族または第 15 族元素であることを特徴とする請求項 6 記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 8】 前記上部阻止層に含有される前記周期律表第 13 族または第 15 族元素の含有量が 100 原子 p p m 以上、30000 原子 p p m 以下であることを特徴とする請求項 6 または 7 記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 9】 前記上部阻止層の膜厚が、第 2 の層を堆積した後の前記電子写真感光体の表面に存在する球状突起のうち、最大の球状突起の直径の 10^{-4} 倍以上であり、かつ、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下となるように前記上部阻止層を成膜することを特徴とする請求項 1～8 のいずれかに記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 10】 前記第 3 ステップにおいて、前記上部阻止層の上に更に表面層を積層する工程を含むことを特徴とする請求項 1～9 のいずれかに記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 11】 前記表面層が、少なくともシリコン原子を母材とし、更に炭素、酸素、窒素原子の少なくとも 1 つを含有する非単結晶質材料からなることを特徴とする請求項 10 記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 12】 前記第 2 ステップにおいて、更に前記第 1 の層の表面を加工する工程を含むことを特徴とする請求項 1～11 のいずれかに記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 13】 前記第 1 の層の表面を加工する工程が、前記第 1 ステップにおいて堆積された第 1 の層表面に存在する突起物の少なくとも頭頂部を除去する工程であることを特徴とする請求項 12 記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 14】 前記第 1 の層の表面を加工する工程が、研磨加工であることを特徴とする請求項 12 または 13 記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 15】 前記研磨加工は、前記第 1 ステップにおいて堆積された前記第 1 の層表面の突起物を研磨し、表面を平坦化するものであることを特徴とする請求項 14 記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 16】 前記研磨加工は、前記第 1 ステップにおいて堆積された前

記第 1 の層の表面に研磨テープを弾性ゴムローラを用いて当接させ、前記基体とともに移動される前記第 1 の層表面の移動速度と、前記研磨テープを当接させる弾性ゴムローラの回転移動速度との間に、相対的な速度差を設けることによりなされることを特徴とする請求項 14 または 15 記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 17】 前記第 2 ステップにおいて、更に前記第 1 の層を積層した感光体の検査を行う工程を有することを特徴とする請求項 1 ～ 16 のいずれかに記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 18】 前記第 2 ステップにおいて、前記第 3 ステップに進む前に前記第 1 の層の表面を水と接触させ、洗浄処理することを特徴とする請求項 1 ～ 17 のいずれかに記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 19】 請求項 1 ～ 18 のいずれかの記載の製造方法により製造された電子写真感光体。

【請求項 20】 請求項 19 の電子写真感光体を用いた電子写真装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、画像欠陥が少なく帯電能が高くて濃度が濃い、良好な画像形成を長期間維持することができるアモルファスシリコン電子写真感光体を安価に製造する方法、及びその電子写真感光体、並びに電子写真装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

固体撮像装置、あるいは像形成分野における電子写真用電子写真感光体や原稿読み取り装置における光導電層を形成する材料として、高感度で S/N 比 $[(I_p)/(I_d)]$ が高く、照射する電磁波のスペクトル特性にマッチングした吸収スペクトル特性を有すること、光応答性が速く、所望の暗抵抗値を有すること、使用時において人体に無公害であること、さらには固体撮像装置においては、残像を所定時間内に容易に処理することができる等の特性が要求される。特に事務機としてオフィスで利用される電子写真感光体の場合には、上記の使用時

における無公害性は重要な点である。

【0003】

このような観点に立脚して注目されている材料に、水素やハロゲン原子等の一価の元素でダングリングボンドが修飾されたアモルファスシリコン（以後、「a-Si」と表記する）があり、例えば特開昭54-86341号公報には電子写真用電子写真感光体への応用が記載されている。

【0004】

従来、導電性基体上に a-Si からなる電子写真感光体を形成するに形成方法として、スパッタリング法、熱により原料ガスを分解する方法（熱CVD法）、光により原料ガスを分解する方法（光CVD法）、プラズマにより原料ガスを分解する方法（プラズマCVD法）等、多数知られている。なかでもプラズマCVD法、すなわち、原料ガスを直流または高周波、マイクロ波などのグロー放電によって分解し、導電性基体上に堆積膜を形成する方法は電子写真感光体の形成方法等、現在実用化が非常に進んでいる。

【0005】

このような堆積膜の層構成として、従来から行われてきた a-Si を母体とし、適宜修飾元素を添加した電子写真感光体に加えて、更に表面側に阻止能を持った、いわゆる表面層や上部阻止層を積層する構成も提案されている。

【0006】

例えば特開平08-15882号公報では、光導電層と表面層との間に、炭素原子の含有量を表面層より減らし、伝導性を制御する原子を含有させた中間層（上部阻止層）を設けた感光体が開示されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

このような従来の電子写真感光体形成方法により、ある程度実用的な特性と均一性を持つ電子写真感光体を得ることが可能になった。また真空反応容器内の清掃を厳格に行えばある程度欠陥の少ない電子写真感光体を得ることは可能である。しかし、これら従来の電子写真感光体の製造方法では、例えば電子写真用電子写真感光体のように大面積で比較的厚い堆積膜が要求される製品については、均

一膜質で光学的及び電氣的諸特性の要求を満足し、かつ電子写真プロセスにより画像形成時に画像欠陥の少ない堆積膜を高収率で得るのは難しいという問題がある。

【0008】

特に、a-Si膜は基体表面に数 μm オーダーのダストが付着していた場合、成膜中にそのダストを核として異常成長、いわゆる「球状突起」が成長してしまうという性質を持っている。球状突起はダストを起点とした円錐形を逆転させた形をしており、正常堆積部分と球状突起部分の界面では局在準位が非常に多いために低抵抗化し、帯電電荷が界面を通して基体側に抜けてしまうという性質を持っている。このため、球状突起のある部分は、画像上ではべた黒画像で白い点となって現れる（反転現像の場合はべた白画像に黒い点となって現れる）。このいわゆる「ポチ」と呼ばれる画像欠陥は年々規格が厳しくなっており、大きさによってはA3用紙に数個存在していても不良として扱われることがある。さらには、カラー複写機に搭載される場合にはさらに規格は厳しくなり、A3用紙に1個存在していても不良となる場合がある。

【0009】

この球状突起は、ダストを起点としているため、使用する基体は成膜前に精密に洗浄され、成膜装置に設置する工程は全てクリーンルームあるいは真空下で作業が行われる。このようにして、成膜開始前に基体上に付着するダストは極力少なくするよう努力されてきており、効果を上げてきた。しかし、球状突起の発生原因は基体上に付着したダストのみではない。すなわち、a-Si感光体を製造する場合、要求される膜厚が数 μm から数10 μm と非常に厚いため、成膜時間は数時間から数十時間に及ぶ。この間に、a-Si膜は基体のみではなく、成膜炉壁や成膜炉内の構造物にも堆積する。これらの炉壁、構造物は基体のように管理された表面を有していないため、場合によっては密着力が弱く、長時間に渡る成膜中に膜剥がれを起こす場合があった。成膜中に僅かでも剥がれが発生すると、それがダストとなり、堆積中の感光体表面に付着し、これが起点となって球状突起の異常成長が発生してしまう。従って、高い歩留まりを維持していくためには、成膜前の基体の管理のみならず、成膜中における成膜炉内の膜剥がれの防止

についても慎重な管理が必要となり、a-Si 感光体の製造を難しいものにして
いた。

【0010】

本発明の目的は、このような従来の電子写真感光体における諸問題を、電氣的
特性を犠牲にすることなく解決し、安価に安定して歩留まり良く製造し得る、画
像欠陥が少なく高画質の使いやすい電子写真感光体の製造方法及びその電子写真
感光体、並びに電子写真装置を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明は、非単結晶材料からなる層を含む電子写真感光体の製造方法において
、第1ステップとして、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な成
膜炉内に導電性の表面を有する基体を設置し、少なくとも原料ガスを高周波電力
により分解し、該基体上に少なくとも、非単結晶材料からなる第1の層を堆積す
る工程と、第2ステップとして、第1の層を堆積した基体を、酸素および水蒸気
を含むガスに晒す工程と、第3ステップとして、成膜炉内で少なくとも原料ガス
を高周波電力により分解し、該第1の層上に非単結晶材料から成る上部阻止層を
含む第2の層を堆積させる工程とを有することを特徴とする電子写真感光体の製
造方法に関する。

【0012】

本発明では、前記の酸素および水蒸気を含むガスとして、大気を用いることが
できる。

【0013】

また、第2ステップにおいて、前記第1の層を堆積した基体を一旦、前記成膜
炉から取り出して大気に晒してもよく、また、前記第1の層を積層した感光体の
表面に対して研磨などの加工を行う工程を含むことがより好ましい。さらにその
間に該感光体の検査を行っても良い。具体的には、外観検査、画像検査、電位検
査などである。さらに検査後、水による洗浄を行うことにより、その後上部阻止
層を堆積した際の密着性が向上し、膜剥がれの防止に効果がある。

【0014】

本発明者らは、非単結晶材料からなる感光体、特に a-Si 感光体における重要な問題点である、球状突起に起因する画像欠陥の改善を検討してきた。特に、成膜途中に成膜炉壁や炉内の構造物からの膜剥がれによって発生する球状突起による画像欠陥を防止できないか鋭意努力してきた。

【0015】

前述のように、球状突起がポチのような画像欠陥になるのは、堆積膜の正常堆積部分と球状突起部分の界面に局在準位が多く、そこが低抵抗化し、帯電電荷が界面を通して基体側に抜けてしまうからである。ところが、成膜途中に付着したダストによって発生する球状突起は基板からではなく、堆積膜の途中から成長しているため、表面側に何らかの阻止層を設けて、帯電電荷の注入を防止すれば、たとえ球状突起が存在しても画像欠陥にはならない可能性がある。

【0016】

そこで、本発明者らは、堆積膜の途中から球状突起が成長する成膜条件を選び、この条件で作成した感光体の表面に上部阻止層を設ける実験を行った。ところが予想に反して球状突起からの電荷の注入は防止できず、画像欠陥が発生してしまうことが判明した。

【0017】

この原因を調べるため、球状突起の断面を削り出し、SEM（走査型電子顕微鏡）で詳細に観察を行った。その様子を図1に示す。図において、101は導電性基体、102は第1の層の正常堆積部分、103は球状突起、104は成膜中に付着したダスト、105は上部阻止層、106は球状突起部分と正常堆積部分の境界である。図1から分かるように、球状突起103は第1の層102の正常堆積部分の途中から、ダスト104を起点として成長しており、球状突起103と正常堆積部分の間には境界106が存在している。帯電電荷はこの境界を通して基体側に抜けてしまうため、画像上でポチの原因となる。この球状突起103上に上部阻止層105を堆積しても、上部阻止層105は、それまでに成長した球状突起103の成長パターンを維持して堆積されるため、上部阻止層105にも境界106ができてしまう。その結果、帯電電荷はこの境界を通り抜けてしまい、上部阻止層としての機能が失われてしまうのである。

【0018】

そこで、本発明者らは、上部阻止層 105 を積層する際に境界 106 の成長を防止する検討を行った結果、上部阻止層を成膜する前に、一旦、感光体を大気に晒し、その後上部阻止層を成膜すると、この境界の成長が抑えられることを発見した。

【0019】

この状況を調べるため、再び球状突起の断面を削りだし、SEM（走査型電子顕微鏡）で断面観察を行った。その結果を図2に示す。基体 201 上に堆積した第1の層 202 の正常堆積部分の成膜途中に付着したダスト 204 を起点として、球状突起 203 が成長を開始している。しかし、今回の一旦大気に晒した感光体で異なるのは、上部阻止層 205 を堆積した際、上部阻止層表面で観察される境界部分 206 b が、第1の層 202 の正常堆積部分と球状突起 203 との境界 206 a からとぎれていることである。すなわち、第1の層 202 を成膜し、一旦成膜炉から取り出して大気に晒したことによって、その表面に何らかの変化が起こり、その後、再び成膜炉内に戻して上部阻止層 205 を成膜した際、その成長面が不連続になったものと推定される。その結果、抵抗の低い球状突起部分 203 と正常堆積部分の境界 206 a が上部阻止層 205 で封止されて、帯電電荷が通り抜けにくくなり、画像欠陥が抑えられるのである。

【0020】

第1の層 202 の表面に起こる変化の詳細については現在、不明であるが、分離実験として、成膜炉から取り出さずに大気の代わりに酸素のみを導入したところ、上記のような効果が得られなかった。このことから類推すると、単に大気に晒すことで表面が酸化された、というような単純な理由ではなく、大気中の湿度や他の成分などが複雑に絡んだ現象であると推定される。

【0021】

更に球状突起 203 から帯電電荷のすり抜けを防止するには、第1の層 202 を形成した後に球状突起 203 の頭頂部を研磨して平坦化することが効果的であることが判明した。

【0022】

図3に、基体301上に第1の層302を成膜した後、球状突起303の頭頂部を研磨により平坦化した電子写真用感光体の一例を示す。球状突起303は第1の層302の正常堆積部分の成膜途中に付着したダスト304を起点として成長を開始している。しかし、球状突起303の頭頂部は上部阻止層305を堆積する前に研磨手段により研磨され、平坦化されている。このため、その後に成膜される上部阻止層305は境界部分306をまったく引き継がず、平坦化された表面上に均一に堆積されている。このため、第1の層202を研磨手段により平坦化した後に上部阻止層305を積層した場合の方がより完全に球状突起部分303と第1の層302の正常堆積部分の間の境界306が封止されるため、より帯電電荷が通り抜けにくくなり、画像欠陥を抑制する効果もより高まることとなる。

【0023】

本発明は、正帯電感光体であっても負帯電感光体であっても同様に効果が得られるが、球状突起による電荷のすり抜け度合いが負帯電感光体の方がより顕著であるため、比較的小さい球状突起であっても影響が大きい。このため、本発明は負帯電感光体において特に効果的である。

【0024】

【発明の実施の形態】

以下、必要に応じて図面を参照しつつ、本発明を詳細に説明する。

【0025】

<本発明に係わるa-Si感光体>

図4に本発明に係わる電子写真感光体の一例を示す。

【0026】

本発明の電子写真感光体は、例えばA1、ステンレス等の導電性材料からなる基体401上に、第1ステップとして第1の層402を積層し、第2ステップとして第1の層を積層した基体を一旦酸素および水蒸気を含むガス（例えば大気）に晒し、第3ステップとして、上部阻止層406を含む第2の層403を積層したものである。このように製造することによって、第1の層中から発生している球状突起408を覆うように上部阻止層406を堆積することができ、たとえ球

状突起 408 が存在しても画像には現れず、良好な画質を保つことが可能となる。本発明においては第 1 の層 402 には光導電層 405 が含まれる。光導電層 405 の材料として a-Si が用いられる。また、上部阻止層 406 の材料として a-Si を母体とし、必要に応じて炭素、窒素、酸素を含有した層が用いられる。上部阻止層 406 には、13 族元素および 15 族元素等をドーパントとして選択して含有させて、整流性を持たせることが帯電性能の向上の点で望ましく、また、正帯電、負帯電といった帯電極性の制御も可能となる。

【0027】

尚、第 1 の層 402 には必要に応じて更に下部阻止層 404 を設けてもよい。下部阻止層 404 の材料としては a-Si を母体とし、必要に応じて炭素、窒素、酸素を含有した層が用いられる。さらに 13 族元素および 15 族元素等をドーパントとして選択して含有させることにより、正帯電、負帯電といった帯電極性の制御も可能となる。

【0028】

ドーパントとなる第 13 族原子としては、具体的には、硼素 (B)、アルミニウム (Al)、ガリウム (Ga)、インジウム (In)、タリウム (Tl) 等があり、特に B、Al が好適である。第 15 族原子としては、具体的には磷 (P)、砒素 (As)、アンチモン (Sb)、ビスマス (Bi) 等があり、特に P が好適である。

【0029】

また、第 2 の層 403 には、上部阻止層 406 の上に必要に応じて更に表面層 407 を設けてもよい。表面層 407 は a-Si を母体とし、必要に応じて炭素、窒素、酸素の少なくとも 1 つを比較的多量に含有した層が用いられ、耐環境性、耐摩耗性や耐傷性を向上させることができる。

【0030】

<本発明に係わる基体の形状及び材質>

基体 401 の形状は電子写真感光体の駆動方式などに応じた所望のものとしてよい。例えば、平滑表面あるいは凹凸表面の円筒状または板状無端ベルト状であることができ、その厚さは、所望通りの電子写真用感光体を形成し得るように適

宜決定するが、電子写真用感光体としての可撓性が要求される場合には、シリンダーとしての機能が充分発揮できる範囲内で可能な限り薄くすることができる。しかしながら、シリンダーは製造上および取り扱い上、機械的強度等の点から通常は $10\mu\text{m}$ 以上が好ましい。

【0031】

基体材質としてはAlおよびステンレス等の導電性材料が一般的であるが、例えば各種のプラスチックやガラス、セラミックス等、特に導電性を有しないものにこれら導電性材料を少なくとも光受容層を形成する側の表面に蒸着するなどして導電性を付与したのもを用いることができる。

【0032】

導電性材料としては上記の他、Cr、Mo、Au、In、Nb、Te、V、Ti、Pt、Pd、Fe等の金属、およびこれらの合金が挙げられる。

【0033】

プラスチックとしてはポリエステル、ポリエチレン、ポリカーボネート、セルロースアセテート、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリスチレン、ポリアミド等のフィルムまたはシートが挙げられる。

【0034】

<本発明に係わる第1の層>

第1の層402としては、本発明ではシリコン原子を母体とし、更に水素原子及び／又はハロゲン原子を含む非晶質材料（「a-Si(H, X)」と略記する）で構成される。

【0035】

a-Si膜は、プラズマCVD法、スパッタリング法、イオンプレーティング法等によって形成可能であるが、プラズマCVD法を用いて形成した膜は特に高品質の膜が得られるため好ましい。原料としては SiH_4 、 Si_2H_6 、 Si_3H_8 、 Si_4H_{10} 等のガス状態の、またはガス化し得る水素化珪素（シラン類）を原料ガスとして用い、高周波電力によって分解することによって形成可能である。更に層形成時の取り扱い易さ、Si供給効率の良さ等の点で SiH_4 、 Si_2H_6 が好ましいものとして挙げられる。

【0036】

このとき、基体の温度は、 $200^{\circ}\text{C}\sim 450^{\circ}\text{C}$ 、より好ましくは $250^{\circ}\text{C}\sim 350^{\circ}\text{C}$ 程度の温度に保つことが特性上好ましい。これは基体表面での表面反応を促進させ、十分に構造緩和をさせるためである。また、これらのガスに更に H_2 あるいはハロゲン原子を含むガスを所望量混合して層形成することも特性向上の上で好ましい。ハロゲン原子供給用の原料ガスとして有効なのは、弗素ガス(F_2)、 BrF 、 ClF 、 ClF_3 、 BrF_3 、 BrF_5 、 IF_5 、 IF_7 等のハロゲン間化合物を挙げることができる。ハロゲン原子を含む珪素化合物、いわゆるハロゲン原子で置換されたシラン誘導体としては、具体的には、たとえば SiF_4 、 Si_2F_6 等の弗化珪素が好ましいものとして挙げることができる。また、これらの炭素供給用の原料ガスを必要に応じて H_2 、 He 、 Ar 、 Ne 等のガスにより希釈して使用してもよい。

【0037】

第1の層402の層厚としては特に限定はないが、製造コストなどを考慮すると $15\sim 50\mu\text{m}$ 程度が適当である。

【0038】

更に、特性を向上させる為に第1の層402を複数の層構成にしても良い。例えばよりバンドギャップの狭い層を表面側に、よりバンドギャップの広い層を基板側に配置することで光感度や帯電特性を同時に向上させることができる。特に、半導体レーザーの様に、比較的長波長であって且つ波長ばらつきのほとんどない光源に対しては、こうした層構成の工夫によって画期的な効果が現れる。

【0039】

必要に応じて設けられる下部阻止層404は、一般的に $a-\text{Si}(\text{H}, \text{X})$ をベースとし、13族元素、15族元素などのドーパントを含有させることにより伝導型を制御し、基体からのキャリアの注入阻止能を持たせることが可能である。この場合、必要に応じて、 C 、 N 、 O から選ばれる少なくとも1つ以上の元素を含有させることで応力を調整し、感光層の密着性向上の機能を持たせることもできる。

【0040】

下部阻止層 404 のドーパントとして用いられる 13 族元素、15 族元素としては前述したものが用いられる。また、第 13 族原子導入用の原料物質として具体的には、硼素原子導入用としては、 B_2H_6 、 B_4H_{10} 、 B_5H_9 、 B_5H_{11} 、 B_6H_{10} 、 B_6H_{12} 、 B_6H_{14} 等の水素化硼素、 BF_3 、 BCl_3 、 BBr_3 等のハロゲン化硼素等が挙げられる。この他、 $AlCl_3$ 、 $GaCl_3$ 、 $Ga(CH_3)_3$ 、 $InCl_3$ 、 $TlCl_3$ 等も挙げる事ができる。中でも B_2H_6 は取り扱いの面からも好ましい原料物質の一つである。

【0041】

第 15 族原子導入用の原料物質として有効に使用されるのは、燐原子導入用としては、 PH_3 、 P_2H_4 等の水素化燐、 PF_3 、 PF_5 、 PCl_3 、 PCl_5 、 PBr_3 、 PI_3 等のハロゲン化燐、さらに PH_4I 等が挙げられる。この他、 AsH_3 、 AsF_3 、 $AsCl_3$ 、 $AsBr_3$ 、 AsF_5 、 SbH_3 、 SbF_3 、 SbF_5 、 $SbCl_3$ 、 $SbCl_5$ 、 BiH_3 、 $BiCl_3$ 、 $BiBr_3$ 等が第 15 族原子導入用の出発物質の有効なものとして挙げられる。

【0042】

ドーパントの原子の含有量としては、好ましくは $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^4$ 原子 p p m、より好ましくは $5 \times 10^{-2} \sim 5 \times 10^3$ 原子 p p m、最適には $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^3$ 原子 p p m である。

【0043】

<本発明に係わる第 2 の層>

本発明に関わる第 2 の層 403 は、第 1 の層 402 が形成された後に、成膜一旦放電を止めて酸素および水蒸気を含むガスと接触させた後に形成される。酸素および水蒸気を含むガスとしては、通常的环境下の空気である大気を用いることができる。即ち、接触させるガスは、少なくとも酸素と水蒸気を含み、必要により窒素ガス等の不活性ガスを含んでいるものである。酸素は全ガス中に例えば 5 体積%以上程度含むものが好ましい。また水蒸気を加えた純酸素でもよいが、通常は、空気程度の酸素含有量で充分である。また、水蒸気は、室温 25℃における相対湿度が、例えば 1%以上、好ましくは 10%以上程度になるように添加されていればよい。通常の場合においては、环境下の空気である大気を用いること

が、工程上も簡単であるので好ましい。

【0044】

大気を用いる場合には、通常、圧力は1気圧とすることが使いやすいが、本発明の効果をを得るためには必ずしも1気圧である必要はない。具体的には0.01気圧(1010Pa)以上であれば、本発明の効果は充分得ることができる。また、酸素および水蒸気を含むガスを用いる場合にも、同様に0.01気圧以上であれば、本発明の効果は充分得られる。

【0045】

大気との接触方法としては、第1の層402を形成後、成膜炉から感光体を取り出すことで行ってもよいし、成膜炉内に大気(または酸素および水蒸気含有ガス)を導入して行ってもよい。また、このとき表面に存在する球状突起の頭頂部を研磨手段により研磨し、平坦にすることが好ましい。このような加工は後述する表面研磨装置によって行うことができる。球状突起を平坦化することによって電荷のすり抜けをより効果的に防止できると共に、球状突起によるクリーニングブレードの欠けやクリーニング不良を防止でき、また、球状突起を起点とする融着の発生も防止することができる。

【0046】

また、成膜炉から感光体(第1の層を形成した基体)を取り出した際に、必要に応じて感光体の外観検査や特性評価を行うことも有意義である。この時点で検査を行うことで、品質不良の感光体については後の工程を省略することができ、全体としてコストの低減を図ることができる。

【0047】

さらに、成膜炉に再度設置する前に、感光体(第1の層を形成した基体)を洗浄することは、第2の層403の密着性向上やダスト付着低減のために望ましい。具体的な洗浄方法としては、清浄な布や紙で表面を拭き取ったり、望ましくは有機洗浄や水洗浄などにより精密洗浄した方が望ましい。特に、近年の環境に対する配慮からは後述する水洗浄装置による水洗浄がより好ましい。

【0048】

本発明の第2の層403には上部阻止層406が含まれる。上部阻止層406

は、感光体が一定極性の帯電処理をその自由表面に受けた際、表面側より第1の層側に電荷が注入されるのを阻止する機能を有し、逆の極性の帯電処理を受けた際にはそのような機能は発揮されない、いわゆる極性依存性を有している。そのような機能を付与するために、上部阻止層406には伝導性を制御する不純物原子を適切に含有させることが必要である。そのような目的で用いられる不純物原子としては、本発明においてはp型伝導特性を与える第13族原子、あるいはn型伝導特性を与える第15族原子を用いることができる。このような第13族原子としては、具体的には、硼素(B)、アルミニウム(Al)、ガリウム(Ga)、インジウム(In)、タリウム(Tl)等があり、特に硼素が好適である。第15族原子としては、具体的にはリン(P)、砒素(As)、アンチモン(Sb)、ビスマス(Bi)等があり、特にリンが好適である。

【0049】

上部阻止層406に含有される伝導性を制御する不純物原子の必要な含有量は、上部阻止層406の組成や製造方法を考慮して適宜変更することが好ましいが、一般的にはネットワーク構成原子に対して100原子ppm以上、30000原子ppm以下とすることが好ましい。

【0050】

上部阻止層406に含有される伝導性を制御する原子は、上部阻止層406中に万偏なく均一に分布されていても良いし、あるいは層厚方向に不均一に分布する状態で含有していてもよい。しかしながら、いずれの場合にも基体の表面と平行面内方向においては、均一な分布で万偏なく含有されることが面内方向における特性の均一化を図る点からも必要である。

【0051】

上部阻止層406は、a-Si系の材料であればいずれの材質でも可能であるが、後述する表面層407と同様の材料で構成することが好ましい。すなわち、「a-SiC:H, X」、「a-SiO:H, X」、「a-SiN:H, X」、「a-SiCON:H, X」等の材料が好適に用いられる。上部阻止層406に含有される炭素原子または窒素原子または酸素原子は、該層中に万偏なく均一に分布されても良いし、あるいは層厚方向に不均一に分布する状態で含有して

もよい。しかしながら、いずれの場合にも基体の表面と平行面内方向においては、均一な分布で万偏なく含有されることが面内方向における特性の均一化を図る点からも必要である。

【0052】

本発明における上部阻止層 406 の全層領域に含有される炭素原子および／または窒素原子および／または酸素原子の含有量は、本発明の目的が効果的に達成されるように適宜決定されるが、1 種類の場合はその量として、2 種類以上の場合はその総和量として、シリコンとの総和に対して 10 % から 70 % の範囲とするのが好ましい。

【0053】

また、本発明においては上部阻止層 406 に水素原子および／またはハロゲン原子が含有されることが必要であるが、これはシリコン原子の未結合手を補償し、層品質の向上、特に光導電性特性および電荷保持特性を向上させるために必須不可欠である。水素含有量は、構成原子の総量に対して通常の場合 30 ～ 70 原子%、好適には 35 ～ 65 原子%、最適には 40 ～ 60 原子%とするのが望ましい。また、ハロゲン原子の含有量として、通常の場合 0.01 ～ 15 原子%、好適には 0.1 ～ 10 原子%、最適には 0.5 ～ 5 原子%とされるのが望ましい。

【0054】

上部阻止層 406 の膜厚は効果的に球状突起 408 による画像欠陥を防止できる膜厚に調整される。球状突起 408 を表面側から見た場合の大きさには様々なものがあるが、直径の大きいものほど電荷の注入度合いが大きく、画像に出やすいという性質がある。従って、上部阻止層 406 の膜厚も、大きな球状突起ほど厚くすることが効果的である。具体的には、第 2 の層を堆積した後の電子写真感光体上に存在する球状突起 408 の最大のものの直径に対して 10^{-4} 倍以上の厚さとすることが望ましい。この範囲の厚さとすることで、球状突起 408 からの電荷のすり抜けを効果的に防止することができる。また、膜厚の上限は $1\ \mu\text{m}$ 以下とすることが感度低下を最小限に抑えるという観点から望ましい。

【0055】

上部阻止層 406 は第 1 の層 402 側から表面層 407 に向かって組成を連続的に変化させることも好ましく、密着性の向上や干渉防止等に効果がある。

【0056】

本発明の目的を達成し得る特性を有する上部阻止層 406 を形成するには、Si 供給用のガスと C および／または N および／または O 供給用のガスとの混合比、反応容器内のガス圧、放電電力ならびに基体の温度を適宜設定することによって達成される。

【0057】

上部阻止層の形成において使用されるシリコン (Si) 供給用ガスとなり得る物質としては、 SiH_4 、 Si_2H_6 、 Si_3H_8 、 Si_4H_{10} 等のガス状態の、またはガス化し得る水素化珪素 (シラン類) が有効に使用されるものとして挙げられ、更に層作成時の取り扱い易さ、Si 供給効率の良さ等の点で SiH_4 、 Si_2H_6 が好ましいものとして挙げられる。また、これらの Si 供給用の原料ガスを必要に応じて H_2 、He、Ar、Ne 等のガスにより希釈して使用してもよい。

【0058】

炭素供給用ガスとなり得る物質としては、 CH_4 、 C_2H_2 、 C_2H_6 、 C_3H_8 、 C_4H_{10} 等のガス状態の、またはガス化し得る炭化水素が有効に使用されるものとして挙げられ、更に層作成時の取り扱い易さ、C 供給効率の良さ等の点で CH_4 、 C_2H_2 、 C_2H_6 が好ましいものとして挙げられる。また、これらの C 供給用の原料ガスを必要に応じて H_2 、He、Ar、Ne 等のガスにより希釈して使用してもよい。

【0059】

窒素または酸素供給用ガスとなり得る物質としては、 NH_3 、NO、 N_2O 、 NO_2 、 O_2 、CO、 CO_2 、 N_2 等のガス状態の、またはガス化し得る化合物が有効に使用されるものとして挙げられる。また、これらの窒素、酸素供給用の原料ガスを必要に応じて H_2 、He、Ar、Ne 等のガスにより希釈して使用してもよい。

【0060】

反応容器内の圧力も同様に層設計にしたがって最適範囲が適宜選択されるが、

通常の場合 $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^3 \text{ Pa}$ 、好ましくは $5 \times 10^{-2} \sim 5 \times 10^2 \text{ Pa}$ 、最適には $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^2 \text{ Pa}$ とするのが好ましい。

【0061】

さらに、基体の温度は、層設計にしたがって最適範囲が適宜選択されるが、通常の場合、好ましくは $150 \sim 350^\circ\text{C}$ 、より好ましくは $180 \sim 330^\circ\text{C}$ 、最適には $200 \sim 300^\circ\text{C}$ とするのが望ましい。また、第1のステップで第1の層を形成する場合と、第3のステップで第2の層を形成する場合の基体の設定温度は同じ設定にしても異なる温度設定にしてもよく、各々の層に最適な温度に設定されることが望ましい。

【0062】

本発明においては、上部阻止層 406 を形成するための希釈ガスの混合比、ガス圧、放電電力、基体温度等の層作成ファクターは通常は独立的に別々に決められるものではなく、所望の特性を有する感光体を形成すべく相互的かつ有機的関連性に基づいて各層作成ファクターの最適値を決めるのが望ましい。

【0063】

本発明では、第2の層 403 には必要に応じて、上部阻止層 406 の上に、さらに非単結晶材料、特に a-Si 系の材料で形成された表面層 407 を設けてもよい。この表面層 407 は自由表面を有し、主に耐湿性、連続繰り返し使用特性、電氣的耐圧性、使用環境特性、耐久性の改善に効果が得られる。

【0064】

a-Si 系の表面層 407 は、第1の層を構成する光導電層 405 上部阻止層 406 および表面層 407 を形成する非晶質材料の各々がシリコン原子という共通の構成要素を有しているので、積層界面において化学的な安定性の確保が十分成されている。表面層 407 の材質として a-Si 系の材料を用いる場合は、炭素、窒素、酸素より選ばれた元素を少なくとも1つ含むシリコン原子との化合物が好ましく、特に a-SiC を主成分としたものが好ましい。

【0065】

表面層 407 が炭素、窒素、酸素のいずれか一つ以上を含む場合、これらの原子の含有量はネットワークを構成する全原子に対して 30% から 90% の範囲が

好ましい。

【0066】

また、表面層 407 中に水素原子および／またはハロゲン原子が含有されることが必要であるが、これはシリコン原子の未結合手を補償し、層品質の向上、特に電荷保持特性を向上させるためである。水素含有量は、構成原子の総量に対して通常の場合 30～70 原子%、好適には 35～65 原子%、最適には 40～60 原子%とするのが望ましい。また、弗素原子の含有量として、通常の場合は 0.01～15 原子%、好適には 0.1～10 原子%、最適には 0.5～5 原子%とされるのが望ましい。

【0067】

これらの水素および／または弗素含有量の範囲内で形成される感光体は、実際面において優れたものとして充分適用させ得るものである。すなわち、表面層 407 内に存在する欠陥（主にシリコン原子や炭素原子のダングリングボンド）は、電子写真感光体としての特性に悪影響を及ぼすことが知られている。例えば自由表面から電荷の注入による帯電特性の劣化、使用環境、例えば高い湿度のもとで表面構造が変化することによる帯電特性の変動、更にコロナ帯電時や光照射時に光導電層より表面層に電荷が注入され、前記表面層内の欠陥に電荷がトラップされることによる繰り返し使用時の残像現象の発生等が、この悪影響として挙げられる。

【0068】

しかしながら、表面層 407 内の水素含有量を 30 原子%以上に制御することで表面層内の欠陥が大幅に減少し、その結果、従来に比べて電気的特性面及び高速連続使用性において向上を図ることができる。

【0069】

一方、表面層 407 中の水素含有量が 70 原子%を越えると表面層の硬度が低下するために、繰り返し使用に耐えられなくなる。従って、水素含有量を前記の範囲内に制御することが優れた所望の電子写真特性を得る上で重要な因子の 1 つである。表面層 407 中の水素含有量は、原料ガスの流量（比）、基体温度、放電パワー、ガス圧等によって制御し得る。

【0070】

また、前記表面層 407 中の弗素含有量を 0.01 原子%以上の範囲に制御することで表面層内のシリコン原子と炭素原子との結合の発生をより効果的に達成することが可能となる。さらに、弗素原子の働きとして、コロナ等のダメージによるシリコン原子と炭素原子との結合の切断を効果的に防止することができる。

【0071】

一方、前記表面層 407 中の弗素含有量が 15 原子%を超えると表面層内のシリコン原子と炭素原子との結合の発生の効果およびコロナ等のダメージによるシリコン原子と炭素原子との結合の切断を防止する効果がほとんど認められなくなる。さらに、過剰の弗素原子が表面層中のキャリアの走行性を阻害するため、残留電位や画像メモリーが顕著に認められてくる。従って、弗素含有量を前記範囲内に制御することが所望の電子写真特性を得る上で重要な因子の 1 つである。前記表面層 407 中の弗素含有量は、水素含有量と同様に原料ガスの流量（比）、基体温度、放電パワー、ガス圧等によって制御し得る。

【0072】

さらに本発明においては、表面層 407 には必要に応じて伝導性を制御する原子を含有させてもよい。伝導性を制御する原子は、表面層中に万偏なく均一に分布した状態で含有されても良いし、あるいは層厚方向には不均一な分布状態で含有している部分があってもよい。

【0073】

前記の伝導性を制御する原子としては、半導体分野における、いわゆる不純物を挙げることができ、p 型伝導特性を与える第 13 族原子、または n 型伝導特性を与える第 15 族原子を用いることができる。

【0074】

表面層 407 の層厚としては、通常 0.01～3 μm 、好適には 0.05～2 μm 、最適には 0.1～1 μm とされるのが望ましいものである。層厚が 0.01 μm よりも薄いと感光体を使用中に摩耗等の理由により表面層 407 が失われてしまい、3 μm を越えると残留電位の増加等の電子写真特性の低下がみられる。

。

【0075】

目的を達成し得る特性を有する表面層407を形成するには、基体の温度、反応容器内のガス圧を所望により適宜設定する必要がある。基体温度(T_s)は、層設計にしたがって最適範囲が適宜選択されるが、通常の場合、好ましくは150～350℃、より好ましくは180～330℃、最適には200～300℃とするのが望ましい。

【0076】

反応容器内の圧力も同様に層設計にしたがって最適範囲が適宜選択されるが、通常の場合 $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^3 \text{ Pa}$ 、好ましくは $5 \times 10^{-2} \sim 5 \times 10^2 \text{ Pa}$ 、最適には $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^2 \text{ Pa}$ とするのが好ましい。

【0077】

表面層の形成に使用される原料ガスとしては、上部阻止層の形成に用いられる原料ガスを用いることができる。

【0078】

表面層407を形成するための基体温度、ガス圧の望ましい数値範囲として前記した範囲が挙げられるが、条件は通常は独立的に別々に決められるものではなく、所望の特性を有する感光体を形成すべく相互的且つ有機的関連性に基づいて最適値を決めるのが望ましい。

【0079】

<本発明に係わるa-Si感光体成膜装置>

図5は、高周波電源を用いたRFプラズマCVD法による感光体の成膜装置の一例を模式的に示した図である。

【0080】

この装置は大別すると、成膜装置5100、原料ガスの供給装置5200、成膜炉5110内を減圧する為の排気装置(図示せず)から構成されている。成膜装置5100中の成膜炉5110内にはアースに接続された基体5112、基体の加熱用ヒーター5113、原料ガス導入管5114が設置され、更に高周波マッチングボックス5115を介して高周波電源5120が接続されている。

【0081】

原料ガス供給装置 5200 は、 SiH_4 、 H_2 、 CH_4 、 NO 、 B_2H_6 、 CF_4 等の原料ガスボンベ 5221～5226 とバルブ 5231～5236、5241～5246、5251～5256 及びマスフローコントローラー 5211～5216 から構成され、各構成ガスのボンベはバルブ 5260 を介して成膜炉 5110 内のガス導入管 5114 に接続されている。

基体 5112 は導電性受け台 5123 の上に設置されることによってアースに接続される。

【0082】

以下、図 5 の装置を用いた感光体の形成方法の手順の一例について説明する。成膜炉 5110 内に基体 5112 を設置し、不図示の排気装置（例えば真空ポンプ）により成膜炉 5110 内を排気する。続いて基体加熱用ヒーター 5113 により基体 5112 の温度を 200°C ～ 450°C 、より好ましくは 250°C ～ 350°C の所望の温度に制御する。次いで、感光体形成用の原料ガスを成膜炉 5110 内に流入させるにはガスボンベのバルブ 5231～5236、成膜炉のリークバルブ 5117 が閉じられている事を確認し又、流入バルブ 5241～5246、流出バルブ 5251～5256、補助バルブ 5260 が開かれている事を確認し、メインバルブ 5118 を開いて成膜炉 5110 及びガス供給配管 5116 を排気する。

【0083】

その後、真空計 5119 の読みが 0.67 mPa になった時点で補助バルブ 5260、流出バルブ 5251～5256 を閉じる。その後ガスボンベ 5221～5226 より各ガスをバルブ 5231～5236 を開いて導入し圧力調整器 5261～5266 により各ガス圧を 0.2 MPa に調整する。次に流入バルブ 5241～5246 を徐々に開けて各ガスをマスフローコントローラー 5211～5216 内に導入する。

以上の手順によって成膜準備を完了した後、基体 5112 上に、まず第 1 の層、例えば光導電層の形成を行う。

【0084】

即ち、基体 5112 が所望の温度になったところで、各流出バルブ 5251～

5256のうちの必要なものと補助バルブ5260とを徐々に開き、各ガスポンプ5221～5226から所望の原料ガスをガス導入管5114を介して成膜炉5110内に導入する。次に、各マスフローコントローラー5211～5216によって、各原料ガスが所望の流量になる様に調整する。その際、成膜炉5110内が13.3Pa～1330Paの所望の圧力になる様に、真空計5119を見ながらメインバルブ5118の開口を調整する。内圧が安定したところで、高周波電源5120を所望の電力に設定して例えば、周波数1MHz～50MHz、例えば13.56MHzの高周波電力を高周波マッチングボックス5115を通じてカソード電極5111に供給し高周波グロー放電を生起させる。この放電エネルギーによって成膜炉5110内に導入させた各原料ガスが分解され、基体5112上に所望のシリコン原子を主成分とする第1の層が成膜される。所望の膜厚の形成が行われた後、高周波電力の供給を止め、各流出バルブ5251～5256を閉じて成膜炉5110への各原料ガスの流入を止め、第1の層の形成を終える。第1の層の組成や膜厚は公知のものを使用することができる。上記第1の層と基体の間に下部阻止層を形成する場合も基本的には上記の操作をあらかじめ行えばよい。

【0085】

上記の手順で第1の層まで成膜した感光体は一旦、成膜炉から取り出し、大気に晒すことがポイントである。もちろん、本発明の場合、成膜炉から取り出さずに、炉内に大気、あるいは酸素と水蒸気の混合ガスを導入してもよい。成膜炉から取り出す場合には、同時に感光体の剥がれ、球状突起などの外観検査を行っても良い。また、必要に応じて画像検査や電位特性検査なども行うことができる。

【0086】

画像検査や電位特性検査など、感光体がオゾンと接する検査を行った場合、第2の層の成膜を行う前に水洗浄あるいは有機洗浄を行うことが好ましいが、近年の環境への配慮から水洗浄がより好ましい。水洗浄の方法は後述する。このように第2の層成膜前に水洗浄を行うことで密着性を更に向上させることができる。

【0087】

大気に晒した感光体は再び成膜炉に戻され、上部阻止層を含む第2の層の成膜

を行う。第2の層の成膜は原料ガスに CH_4 、 C_2H_6 などの炭化水素ガス、必要に応じて H_2 など希釈ガスを追加で用いる以外は基本的に第1の層の成膜に準じる。

【0088】

図6は、VHF電源を用いたVHFプラズマCVD法による感光体の成膜装置の一例を模式的に示した図である。

【0089】

この装置は図5に示した成膜装置5100を図6の成膜装置6100に置き換えることで構成される。

【0090】

VHFプラズマCVD法によるこの装置での堆積膜の形成は、基本的にRFプラズマCVD法の場合と同様に行うことができる。成膜炉6110は、排気管6121を通じて排気装置（図示せず）に接続されており、成膜炉6110内の圧力を、 $13.3\text{ mPa} \sim 1330\text{ Pa}$ 程度、すなわちRFプラズマCVD法よりも低めに保つ。高周波電力として、VHF電源から $50\text{ MHz} \sim 450\text{ MHz}$ 、例えば周波数 105 MHz をマッチングボックス6115を通じてカソード電極6111に供給する。基体6112は、基体加熱用ヒーター6113により加熱し、層形成の均一化を図るため基体回転用モーター6120によって、所望の回転速度で回転させる。導入された原料ガスは、基体6112により取り囲まれた放電空間6130において、放電エネルギーにより励起されて解離し、基体6112上に所定の堆積膜が形成される。

【0091】

<本発明に係わる表面研磨装置>

図7に、本発明の電子写真用感光体の製造工程において、表面加工に際して利用される表面加工装置の一例、具体的には、表面加工として、研磨を行う際に利用される表面研磨装置の一例を示す。図7に示す表面研磨装置の構成例において、加工対象物（円筒状の基体上の堆積膜表面）700は、その表面にa-Siからなる第1の層が堆積された円筒状の基体であり、弾性支持機構720に取り付けられる。図7に示す装置において、弾性支持機構720は、例えば、空気圧ホ

ルダーが利用され、具体的には、ブリジストン社製空気圧式ホルダー（商品名：エアーピック、型番：PO45TCA*820）が用いられる。加圧弾性ローラ730は、研磨テープ731を加工対象物700のa-Si光導電層表面に押圧させる。研磨テープ731は、送り出しロール732から供給され、巻き取りロール733に回収される。その送り出し速度は、定量送り出しロール734とキャプスタンローラ735により調整され、また、その張力も調整されている。研磨テープ731には、通常ラッピングテープと呼ばれるものが好適に利用される。a-Si等の非単結晶材料の光導電層等の第1の層または上部阻止層等の中間層の表面を加工する際、研磨テープには、砥粒としてはSiC、Al₂O₃、Fe₂O₃などが用いられる。具体的には、富士フィルム社製ラッピングテープLT-C2000を用いた。加圧弾性ローラ730は、そのローラ部は、ネオプレンゴム、シリコンゴムなどの材質からなり、JISゴム硬度20～80の範囲、より好ましくはJISゴム硬度30～40の範囲とされている。また、ローラ部形状は、長手方向において、中央部の直径が両端部の直径より若干太いものが好ましく、例えば、両者の直径差が0.0～0.6mmの範囲、より好ましくは、0.2～0.4mmの範囲となる形状が好適である。加圧弾性ローラ730は、回転する加工対象物（円筒状基体上の堆積膜表面）700に対して、加圧圧力0.05MPa～0.2MPaの範囲で加圧しながら、研磨テープ731、例えば、上記のラッピングテープを送り堆積膜表面の研磨を行う。

【0092】

なお、大気中で実施される表面研磨に対しては、前記研磨テープを利用する手段以外に、バフ研磨のような湿式研磨の手段を利用することも可能である。また、湿式研磨の手段を利用する際には、研磨加工後、研磨に利用する液の洗浄除去を施す工程を設けるが、その際、表面を水と接触させ、洗浄する処理を併せて実施することができる。

【0093】

<本発明に係わる水洗浄装置>

水洗浄に関しては、例えば特許第2786756号公報などに開示されている。本発明に用いることができる水洗浄装置の一例を図8に示す。

【0094】

図8に示す処理装置は、処理部802と被処理部材搬送機構803よりなっている。処理部802は、被処理部材投入台811、被処理部材洗浄槽821、純水接触槽831、乾燥槽841、被処理部材搬出台851よりなっている。洗浄槽821、純水接触槽831とも液の温度を一定に保つための温度調節装置（図示せず）が付いている。搬送機構803は、搬送レール865と搬送アーム861よりなり、搬送アーム861は、レール865上を移動する移動機構862、基体801を保持するチャッキング機構863及びチャッキング機構863を上下させるためのエアシリンダー864よりなっている。投入台811上に置かれた基体801は、搬送機構803により洗浄槽821に搬送される。洗浄槽821中の界面活性剤水溶液によりなる洗浄液822中で超音波処理されることにより表面に付着している油及び粉体の洗浄が行われる。次に基体801は、搬送機構803により純水接触槽831へ運ばれ、25℃の温度に保たれた抵抗率 $175\text{ k}\Omega\cdot\text{m}$ （ $17.5\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）の純水をノズル832から4.9MPaの圧力で吹き付けられる。純水接触工程の終わった基体801は搬送機構803により乾燥槽841へ移動され、ノズル842から高温の高圧空気を吹き付けられ乾燥される。乾燥工程の終了した基体801は、搬送機構803により搬出台851に運ばれる。

【0095】

<本発明に係わる電子写真装置>

本発明の電子写真感光体を用いた電子写真装置の一例を図9に示す。尚、本例の装置は、円筒状の電子写真感光体を用いる場合に好適なものであるが、本発明の電子写真装置は本例に限定されるものではなく、感光体形状は無端ベルト状等の所望のものであってよい。

【0096】

図9において、904が本発明で言うところの電子写真感光体であり、905は該感光体904に静電潜像形成のための帯電を行う一次帯電器である。図ではコロナ帯電器を記載してあるが、特開昭63-210864公報記載のような接触帯電器でもよい。906は静電潜像の形成された感光体904に現像材（トナ

一) 9 0 6 a を供給するための現像器であり、9 0 7 は感光体表面のトナーを転写材に移行させるための転写帯電器である。図ではコロナ帯電器を記載してあるが、特開昭 6 2 - 1 7 5 7 8 1 公報記載のようなローラー電極でもよい。9 0 8 は感光体表面の浄化を図るクリーナーである。本例では感光体表面の均一浄化を有効に行うため、弾性ローラー 9 0 8 - 1 とクリーニングブレード 9 0 8 - 2 を用いて感光体表面の浄化を行っているが、いずれか一方のみ、もしくはクリーナー 9 0 8 自体を具備しない構成も設計可能である。9 0 9 および 9 1 0 は、それぞれ次の複写動作にそなえて感光体表面の除電を行うための A C 除電器および除電ランプであるが、もちろんいずれかがない、若しくは両者ともない構成も設計可能である。9 1 3 は紙等の転写材、9 1 4 は転写材の送りローラーである。露光 A の光源には、ハロゲン光源、或いは単一波長を主とするレーザー、LED などの光源を用いる。

【 0 0 9 7 】

このような装置を用い、複写画像の形成は、例えば以下のように行われる。

【 0 0 9 8 】

まず電子写真感光体 9 0 4 を所定の速度で矢印の方向へ回転させ、一次帯電器 9 0 5 を用いて感光体 9 0 4 の表面を一様に帯電させる。次に、帯電された感光体 9 0 4 の表面に画像の露光 A を行い、該画像の静電潜像を感光体 9 0 4 の表面に形成させる。そして感光体 9 0 4 の表面の静電潜像の形成された部分が現像器 9 0 6 の設置部を通過する際に、現像器 9 0 6 によってトナーが感光体 9 0 4 の表面に供給され、静電潜像がトナー 9 0 6 a による画像として顕像化（現像）され、更にこのトナー画像は感光体 9 0 4 の回転とともに転写帯電器 9 0 7 の設置部に到達し、ここで送りローラー 9 1 4 によって送られてくる転写材 9 1 3 に転写されるのである。

【 0 0 9 9 】

転写終了後、次の複写工程に備えるために電子写真感光体 9 0 4 の表面から残留トナーがクリーナー 9 0 8 によって除去され、更に該表面の電位がゼロ若しくは殆どゼロとなるように除電器 9 0 9 および除電ランプ 9 1 0 により除電され、1 回の複写工程を終了する。

【0 1 0 0】

【実施例】

以下、本発明を実施例に基づき比較例と対照しながら説明する。

【0 1 0 1】

[実施例 1]

図 5 に示した a - S i 感光体成膜装置を用いて、表 1 に示した条件で直径 1 0 8 mm の A l 基体に、第 1 の層として光導電層まで堆積した。

【0 1 0 2】

【表 1】

ガス種と流量	光導電層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	400
H ₂ {ml/min(normal)}	400
PH ₃ {ppm} (対SiH ₄)	
NO {ml/min(normal)}	
CH ₄ {ml/min(normal)}	
基体温度 {℃}	240
反応容器内圧 {P a}	67
高周波電力 {W}	500
膜厚 {μm}	25

【0 1 0 3】

次いで、第 1 の層まで堆積した基体を一旦成膜炉から取り出し、大気に晒した。大気中で 5 分間放置した後、基体を再び成膜炉に戻し、表 2 に示した条件で第 2 の層である上部阻止層と表面層を堆積した。

【0 1 0 4】

【表 2】

ガス種と流量	上部阻止層	表面層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	200	50
H ₂ {ml/min(normal)}		
B ₂ H ₆ {ppm} (対SiH ₄)	1000	
NO {ml/min(normal)}		
CH ₄ {ml/min(normal)}	200	500
基体温度 {℃}	240	240
反応容器内圧 {Pa}	67	67
高周波電力 {W}	300	300
膜厚 {μm}	0.3	0.5

【0105】

以上の手順で得られた感光体は負帯電で用いられる感光体であり、次のように評価した。

【0106】

(球状突起数)

得られた感光体の表面を光学顕微鏡で観察した。そして、20 μm以上の大きさの球状突起の数を数え、10 cm²当たりの個数を調べた。

【0107】

得られた結果は、比較例 2 での値を 100 %とした場合の相対比較でランク付けを行った。

【0108】

◎ . . . 35 %以上 65 %未満

○ . . . 65 %以上 95 %未満

△ . . . 95 %以上 105 %未満

× . . . 105 %以上。

【0109】

(画像欠陥)

一次帯電器としてコロナ放電を採用し、また、クリーナーにクリーニングブレードを具える電子写真装置に、本実施例で作製した電子写真用感光体を装着して画像形成を行った。具体的には、キヤノン製 GP 605 (プロセススピード 30

0 mm/sec、イメージ露光) をベースに負帯電が可能なように改造し、トナーをネガトナーに変更した複写機を試験用電子写真装置として用い、A3サイズの白紙原稿を複写した。こうして得られた画像を観察し、直径0.3 mm以上の球状突起に起因する黒ボチの個数を数えた。

【0110】

得られた結果は、比較例2での値を100%とした場合の相対比較でランク付けを行った。

【0111】

- ◎・・・ 35%以上65%未満
- ・・・ 65%以上95%未満
- △・・・ 95%以上105%未満
- ×・・・ 105%以上。

【0112】

(帯電能)

電子写真感光体を電子写真装置に設置し、帯電器に+6 kVの高電圧を印加してコロナ帯電を行い、現像器位置に設置した表面電位計により電子写真感光体の暗部表面電位を測定する。

【0113】

得られた結果は、比較例2での値を100%とした場合の相対評価でランク付けを行った。

【0114】

- ◎・・・ 115%以上
- ・・・ 105%以上、115%未満
- △・・・ 95%以上、105%未満
- ×・・・ 95%未満。

【0115】

(残留電位)

電子写真感光体を、一定の暗部表面電位(例えば450 V)に帯電させる。そして直ちに一定光量の比較的強い光(例えば1.5 Lx・sec)を照射する。

この時、現像器位置に設置した表面電位計により電子写真用光感光体の残留電位を測定する。

【0116】

得られた結果は、比較例 2 での値を 100%とした場合の相対評価でランク付けを行った。

【0117】

- ◎・・・ 85%未満
- ・・・ 85%以上、95%未満
- △・・・ 95%以上、105%未満
- ×・・・ 105%以上。

【0118】

以上の方法で総合評価を行った結果を、比較例 1、2 と共に表 4 に示す。

【0119】

[比較例 1]

図 5 に示した a-Si 感光体成膜装置を用いて、直径 108mm の円筒状 Al 基体に、表 1 に示した条件で第 1 の層である光導電層を堆積し、大気に晒すことなく連続して表 2 に示した条件で第 2 の層である上部阻止層と表面層を堆積した。

【0120】

以上のように作製した負帯電用感光体は実施例 1 と同様に評価し、結果を表 4 に示した。

【0121】

[比較例 2]

図 5 に示した a-Si 感光体成膜装置を用いて、表 3 に示した条件で直径 108mm の円筒状 Al 基体に第 1 の層である光導電層と第 2 の層である表面層を大気に晒すことなく連続して堆積した。本比較例では、第 2 の層の上部阻止層を設けなかった。

【0122】

以上のように作製した負帯電用感光体は実施例 1 と同様に評価し、結果を表 4

に示した。

【0123】

【表3】

ガス種と流量	光導電層	表面層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	400	50
H ₂ {ml/min(normal)}	400	
B ₂ H ₆ {ppm} (対SiH ₄)		
NO {ml/min(normal)}		
CH ₄ {ml/min(normal)}		500
基体温度 {℃}	240	240
反応容器内圧 {Pa}	67	67
高周波電力 {W}	500	300
膜厚 {μm}	25	0.5

【0124】

【表4】

		実施例 1	比較例 1	比較例 2
評価	球状突起数	△	△	△
	画像欠陥 (ポチの数)	○	△	△
	帯電能	◎	◎	△
	残留電位	◎	◎	△

【0125】

表4から分かるように、本発明の感光体は球状突起数が比較例1や比較例2と同等レベルであっても、画像欠陥であるポチの数は非常に改善することが分かる。また、上部阻止層を設けることで帯電能、残留電位は改善し、たとえ第1の層と第2の層の間で一旦、感光体を大気に晒しても特性には何ら悪影響はないことが分かる。

【0126】

[実施例2]

図5に示したa-Si感光体成膜装置を用いて、表5に示した条件で直径108mmの円筒状Al基体に、第1の層として光導電層まで成膜した感光体を製造

した。

【0127】

【表5】

ガス種と流量	下部阻止層	光導電層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	100	100
H ₂ {ml/min(normal)}	100	100
B ₂ H ₆ {ppm} (対SiH ₄)	500	0.3
NO {ml/min(normal)}	10	
CH ₄ {ml/min(normal)}		
基体温度 {℃}	200	200
反応容器内圧 {Pa}	0.8	0.8
高周波電力 {W}	300	300
膜厚 {μm}	3	30

【0128】

次いで、その状態で成膜炉内に大気をリーク弁から導入し、感光体を大気に晒した。その状態で5分間放置した後、再び成膜炉を真空状態に戻し、表6に示した条件で第2の層である上部阻止層を堆積した。

【0129】

【表6】

ガス種と流量	上部阻止層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	200
H ₂ {ml/min(normal)}	
PH ₃ {ppm} (対SiH ₄)	1000
NO {ml/min(normal)}	
CH ₄ {ml/min(normal)}	200
基体温度 {℃}	240
反応容器内圧 {Pa}	67
高周波電力 {W}	300
膜厚 {μm}	0.3

【0130】

以上の手順で作製した感光体は正帯電で用いられる感光体であり、評価にはキヤノン製GP605をベースにした複写機を試験用電子写真装置として用い、実施例1と同様の手順で評価し、結果を表7に示した。

【0131】

[比較例3]

図5に示したa-Si感光体成膜装置を用いて、表5に示した条件で直径108mmの円筒状Al基体に、第1の層として光導電層まで堆積した感光体を製造した。次いで、その状態で成膜炉内にO₂ガスを大気圧まで導入し、感光体を酸素雰囲気中に晒した。その状態で5分間放置した後、再び成膜炉を真空状態に戻し、表6に示した条件で第2の層である上部阻止層を堆積した。

【0132】

以上のように作製した正帯電用感光体は実施例1と同様の評価をおこない、実施例2と共に結果を表7に示した。

【0133】

【表7】

		実施例2	比較例3
評価	球状突起数	△	△
	画像欠陥 (ポチの数)	○	△
	帯電能	◎	◎
	残留電位	◎	◎

【0134】

表7から分かるように、本発明の効果は、成膜炉内で大気に触れさせるだけでも得られることが分かる。また、酸素雰囲気中に触れさせても効果が見られなかったことから、単なる表面の酸化による効果ではなく、大気、あるいは水蒸気などとの何らかの相互作用であることが推測される。

【0135】

[実施例3]

図6に示したVHFプラズマCVD方式のa-Si感光体成膜装置を用いて、表8に示した条件で直径108mmの円筒状Al基体に、第1の層として下部阻止層と光導電層まで堆積した感光体を製造した。

【0136】

【表 8】

ガス種と流量	下部阻止層	光導電層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	200	200
H ₂ {ml/min(normal)}		
PH ₃ {ppm} (対SiH ₄)	1500	1.0
NO {ml/min(normal)}	10	
CH ₄ {ml/min(normal)}		
基体温度 {℃}	200	200
反応容器内圧 {Pa}	0.8	0.8
高周波電力 {W}	1000	2000
膜厚 {μm}	3	30

【0137】

次いで、第1の層まで堆積した基体を一旦成膜炉から取り出し、大気に晒した後に再び成膜炉に戻し、表9に示した条件で第2の層である上部阻止層と表面層を堆積した。

【0138】

【表 9】

ガス種と流量	上部阻止層	表面層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	100	50
H ₂ {ml/min(normal)}		
B ₂ H ₆ {ppm} (対SiH ₄)	3000	
NO {ml/min(normal)}		
CH ₄ {ml/min(normal)}	50	100
基体温度 {℃}	200	200
反応容器内圧 {Pa}	0.8	0.8
高周波電力 {W}	500	500
膜厚 {μm}	0.5	0.5

【0139】

以上の手順で作製した負帯電用感光体は実施例1と同様に評価した。結果は実施例4の結果と共に表10に示した。

【0140】

[実施例4]

図6に示したVHFプラズマCVD方式のa-Si感光体成膜装置を用いて、

表 8 に示した条件で直径 1 0 8 mm の円筒状 A l 基体に、第 1 の層として下部阻止層と光導電層まで堆積した感光体を製造した。

【 0 1 4 1 】

次いで、第 1 の層まで堆積した基体を一旦成膜炉から取り出し、大気に晒した。本実施例では、このとき、図 7 に示した研磨装置を用いて表面を研磨し、球状突起の突起部分の平坦化を行った。この平坦化によって、研磨前の表面の球状突起の凸部が、レーザー顕微鏡で評価したとき、5 ～ 2 0 μ m であったのが、2 μ m 以下に減少した。

【 0 1 4 2 】

次に図 8 に示した水洗浄装置を用いて表面を洗浄した。その後、基体を再び成膜炉に戻し、研磨した第 1 の層上に、表 9 に示した条件で第 2 の層である上部阻止層と表面層を堆積した。

【 0 1 4 3 】

以上の手順で作製した負帯電用感光体は実施例 1 と同様に評価した。結果を実施例 3 と共に表 1 0 に示す。

【 0 1 4 4 】

【表 1 0】

		実施例 3	実施例 4
評価	球状突起数	△	△
	画像欠陥 (ポチの数)	○	◎
	帯電能	◎	◎
	残留電位	◎	◎

【 0 1 4 5 】

表 1 0 から、V H F 方式の製造方法であっても、本発明の効果は同様に得られることが分かる。また、球状突起の突起部分を平坦化した後に第 2 の層を積層する方がより画像欠陥低減効果が高まることが判明した。

【 0 1 4 6 】

[実施例 5]

図5に示したa-Si感光体成膜装置を用いて、表11に示した条件で直径108mmの円筒状Al基体に、第1の層として下部阻止層と光導電層まで堆積した感光体を製造した。

【0147】

【表11】

ガス種と流量	下部阻止層	光導電層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	100	500
H ₂ {ml/min(normal)}	300	1000
PH ₃ {ppm} (対SiH ₄)	3000	0.5
NO {ml/min(normal)}	5	
CH ₄ {ml/min(normal)}		
基体温度 {℃}	290	290
反応容器内圧 {Pa}	76	76
高周波電力 {W}	100	350
膜厚 {μm}	5	30

【0148】

次いで、第1の層まで堆積した基体を一旦成膜炉から取り出し、大気に晒した。大気中で10分間放置した後、図8に示した水洗浄装置を用いて洗浄した。その後、基体を再び成膜炉に戻し、第1の層上に表12に示した条件で第2の層である上部阻止層と表面層を堆積した。本実施例においては、上部阻止層の膜厚を変化させた感光体A～Fを作成した。

【0149】

【表 12】

ガス種と流量	上部阻止層	表面層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	100	50
H ₂ {ml/min(normal)}		
B ₂ H ₆ {ppm} (対SiH ₄)	10000	
NO {ml/min(normal)}		
CH ₄ {ml/min(normal)}	500	500
基体温度 {℃}	240	240
反応容器内圧 {Pa}	76	76
高周波電力 {W}	300	100
膜厚 {μm}	0.001~2	0.5

【0150】

以上の手順で得られた負帯電用感光体は実施例1と同様の手順で評価すると共に、更に球状突起の大きさの評価を行った。得られた感光体の表面全体を光学顕微鏡で観察し、最も大きい球状突起のおおよその直径を調べた。その結果、本実施例の製造条件においては、いずれの感光体においてもほぼ100 μmであることが判明した。こうして得られた最大球状突起の直径に対して、上部阻止層の膜厚の比を求めた。

【0151】

評価結果を表13に示す。表13から分かるように、本発明の画像欠陥低減効果を得るためには、上部阻止層の膜厚は最大球状突起の直径の10⁻⁴倍以上の膜厚が好適であることが分かる。また、感光体Fについては画像欠陥低減効果は十分に得られたが、上部阻止層が厚くなりすぎ、感度低下が見られた。従って、膜厚の上限は1 μm以下に抑えることが望ましいことが分かる。また、第2の層を堆積する前に水洗浄装置により洗浄を行うことにより、より密着性が向上した。

【0152】

【表 13】

		実施例 5					
ドラム番号		A	B	C	D	E	F
上部阻止層の膜厚 (μm)		0.001	0.005	0.01	0.1	1	2
最大球状突起の直径 に対する上部阻止層の膜厚比		1×10^{-5}	5×10^{-5}	1×10^{-4}	1×10^{-3}	1×10^{-2}	2×10^{-1}
評価	球状突起数	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
	画像欠陥 (ポチの数)	Δ	Δ	\bigcirc	\bigcirc	\bigcirc	\bigcirc
	帯電能	\bigcirc	\bigcirc	\odot	\odot	\odot	\odot
	残留電位	\bigcirc	\bigcirc	\odot	\odot	\odot	\odot

【0153】

[実施例 6]

図 5 に示した a-Si 感光体成膜装置を用いて、表 14 に示した条件で直径 10.8 mm の円筒状 Al 基体に、第 1 の層として下部阻止層と光導電層まで堆積した感光体を製造した。

【0154】

【表 14】

ガス種と流量	下部阻止層	光導電層
SiH_4 {ml/min(normal)}	100	100
H_2 {ml/min(normal)}	300	600
PH_3 {ppm} (対 SiH_4)	300	
NO {ml/min(normal)}	5	
CH_4 {ml/min(normal)}		
基体温度 { $^{\circ}\text{C}$ }	260	260
反応容器内圧 {Pa}	76	76
高周波電力 {W}	100	550
膜厚 { μm }	3	25

【0155】

次いで、第 1 の層まで堆積した基体を成膜炉に残したままリーク弁を開き、成膜炉内を大気に戻した。こうして基体を大気に晒し、約 10 分間放置した後、成

膜炉から取り出し、図8に示した水洗浄装置で洗浄を行った。洗浄後、再び成膜炉に基体を戻した後に成膜炉を真空引きし、引き続いて、第1の層上に表15に示した条件で第2の層である上部阻止層と表面層を堆積した。本実施例においては、上部阻止層に含有される第13族不純物原子であるB（ボロン）の含有量を変化させた感光体G～Lを作成した。

【0156】

【表15】

ガス種と流量	上部阻止層	表面層
SiH ₄ {ml/min(normal)}	100	50
H ₂ {ml/min(normal)}		
B ₂ H ₆ {ppm} (対SiH ₄)	(変化)	
NO {ml/min(normal)}		
CH ₄ {ml/min(normal)}	500	500
基体温度 {℃}	240	240
反応容器内圧 {Pa}	76	76
高周波電力 {W}	300	100
膜厚 {μm}	0.3	0.5

【0157】

以上の手順で得られた負帯電感光体は実施例1と同様の手順で評価した。

【0158】

評価後、それぞれの感光体を切り出し、SIMS分析（2次イオン質量分析）を行い、上部阻止層中のB（ボロン）含有量を調べた。

【0159】

評価結果を表16に示す。表16から分かるように、上部阻止層の不純物含有量は100ppmから30000ppmが適していることが分かる。また、第2の層を堆積する前に水洗浄装置により洗浄を行うことで、より密着性が向上した。

【0160】

【表 16】

		実施例 6					
ドラム番号		G	H	I	J	K	L
上部阻止層の B 含有量 (ppm)		80	100	1000	10000	30000	35000
評価	球状突起数	△	△	△	△	△	△
	画像欠陥 (ポチの数)	△	○	○	○	○	△
	帯電能	△	◎	◎	◎	◎	△
	残留電位	△	◎	◎	◎	◎	△

【0161】

【発明の効果】

以上述べたように、第 1 の層を積層した後に大気に晒すことにより、従来球状突起に基づいて発生していた画像欠陥を大幅に改善させることができた。即ち、本発明によれば、電気的特性を犠牲にすることなく、安価に安定して歩留まり良く製造し得る、画像欠陥が少なく高画質の使いやすい電子写真感光体の製造方法及びその電子写真感光体、並びに電子写真装置を提供することができる。

更に第 2 ステップにおいて、球状突起の突起部を研磨することにより平坦化した後に第 2 の層を積層することで、より一層、球状突起を画像に現れにくくすることができる。

【0162】

さらに第 2 ステップと第 3 ステップの間に感光体を水と接触させるとさらに良い。具体的には、水洗浄を行うことにより、その後表面保護層を堆積した際の密着性が向上し、膜剥がれがより起こりにくくなる。

【0163】

また、必要に応じて第 2 ステップで感光体の検査を行うことで、品質不良の感光体については後の工程を省略することができ、全体としてコストの低減を図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

電子写真感光体の球状突起の一例を示す模式的断面図である。

【図 2】

本発明の電子写真感光体の球状突起の一例を示す模式的断面図である。

【図 3】

第 2 のステップで表面を研磨した本発明の電子写真感光体の球状突起の一例を示す模式的断面図である。

【図 4】

本発明の電子写真感光体の一例を示す模式的断面図である。

【図 5】

R F を用いた a - S i 感光体成膜装置の模式的断面図である。

【図 6】

V H F を用いた a - S i 感光体成膜装置の模式的断面図である。

【図 7】

本発明に用いた表面研磨装置の模式的断面図である。

【図 8】

本発明に用いた水洗浄装置の模式的断面図である。

【図 9】

本発明の電子写真装置の一例の模式的断面図である。

【符号の説明】

- 1 0 1、2 0 1、3 0 1 導電性の表面を有する基体
- 1 0 2、2 0 2、3 0 2 第 1 の層
- 1 0 3、2 0 3、3 0 3 球状突起
- 1 0 4、2 0 4、3 0 4 ダスト
- 1 0 5、2 0 5、3 0 5 上部阻止層
- 1 0 6、3 0 6 球状突起と正常堆積部分の境界
- 2 0 6 a 球状突起と第 1 の層の正常堆積部分との境界
- 2 0 6 b 上部阻止層表面で観察される球状突起と正常堆積部分との境界
- 4 0 1 基体
- 4 0 2 第 1 の層

- 4 0 3 第 2 の層
- 4 0 4 下部阻止層
- 4 0 5 光導電層
- 4 0 6 上部阻止層
- 4 0 7 表面層
- 4 0 8 球状突起
- 5 1 0 0、6 1 0 0 成膜装置
- 5 1 1 0、6 1 1 0 反応容器、成膜炉
- 5 1 1 1、6 1 1 1 カソード電極
- 5 1 1 2、6 1 1 2 導電性の表面を有する基体
- 5 1 1 3、6 1 1 3 基体加熱用ヒーター
- 5 1 1 4 ガス導入管
- 5 1 1 5、6 1 1 5 高周波マッチングボックス
- 5 1 1 6 ガス配管
- 5 1 1 7 リークバルブ
- 5 1 1 8 メインバルブ
- 5 1 1 9 真空計
- 5 1 2 0 高周波電源
- 5 1 2 1 絶縁材料
- 5 1 2 3 受け台
- 5 2 0 0 ガス供給装置
- 5 2 1 1～5 2 1 6 マスフローコントローラー
- 5 2 2 1～5 2 2 6 ボンベ
- 5 2 3 1～5 2 3 6 バルブ
- 5 2 4 1～5 2 4 6 流入バルブ
- 5 2 5 1～5 2 5 6 流出バルブ
- 5 2 6 0 補助バルブ
- 5 2 6 1～5 2 6 6 圧力調整器
- 6 1 2 0 回転モーター

6 1 2 1 排気口
6 1 3 0 放電空間
7 0 0 基体
7 2 0 弾性支持機構
7 3 0 加圧弾性ローラ
7 3 1 研磨テープ
7 3 2 送り出しロール
7 3 3 巻き取りロール
7 3 4 定量送り出しロール
7 3 5 キャプスタンローラ
8 0 1 導電性の表面を有する基体
8 0 2 処理部
8 0 3 被処理部材搬送機構
8 1 1 被処理部材投入台
8 2 1 被処理部材洗浄槽
8 2 2 洗浄液
8 3 1 純水接触槽
8 3 2 ノズル
8 4 1 乾燥槽
8 4 2 ノズル
8 5 1 被処理部材搬出台
8 6 1 搬送アーム
8 6 2 移動機構
8 6 3 チャッキング機構
8 6 4 エアーシリンダー
8 6 5 搬送レール
9 0 4 電子写真感光体
9 0 5 一次帯電器
9 0 6 現像器

9 0 6 a 現像剤（トナー）

9 0 7 転写帯電器

9 0 8 クリーナー

9 0 8 - 1 弾性ローラー

9 0 8 - 2 クリーニングブレード

9 0 9 A C 除電器

9 1 0 除電ランプ

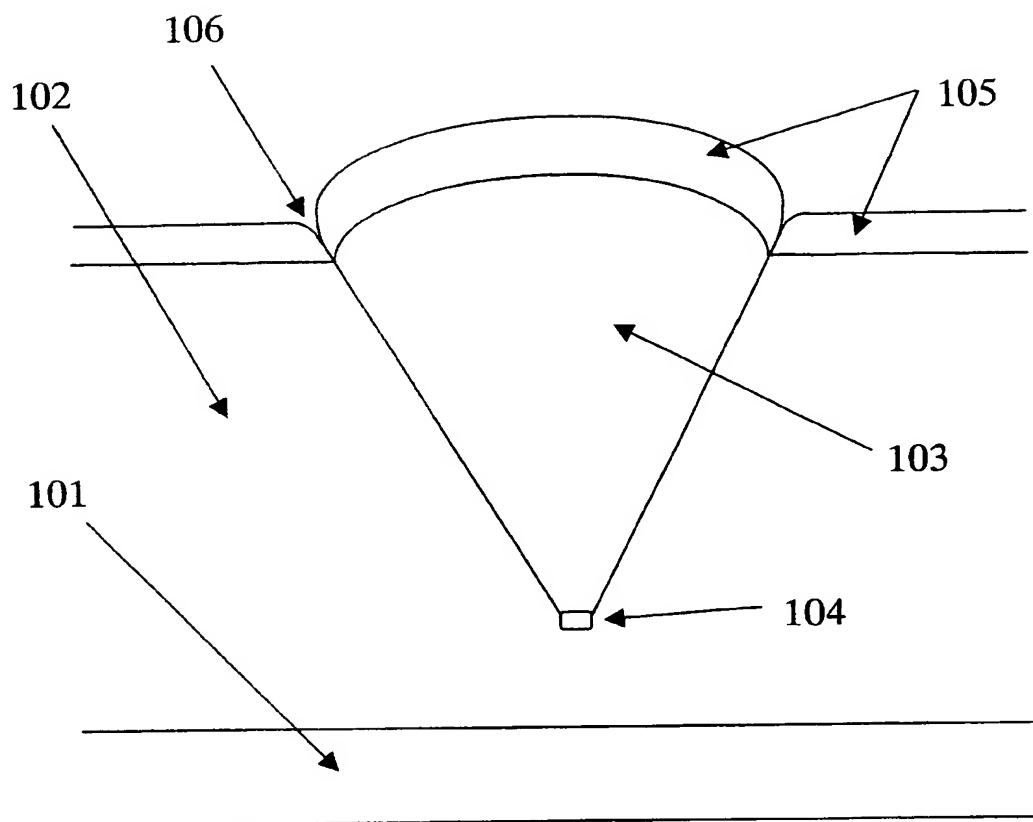
9 1 3 転写材

9 1 4 送りローラー

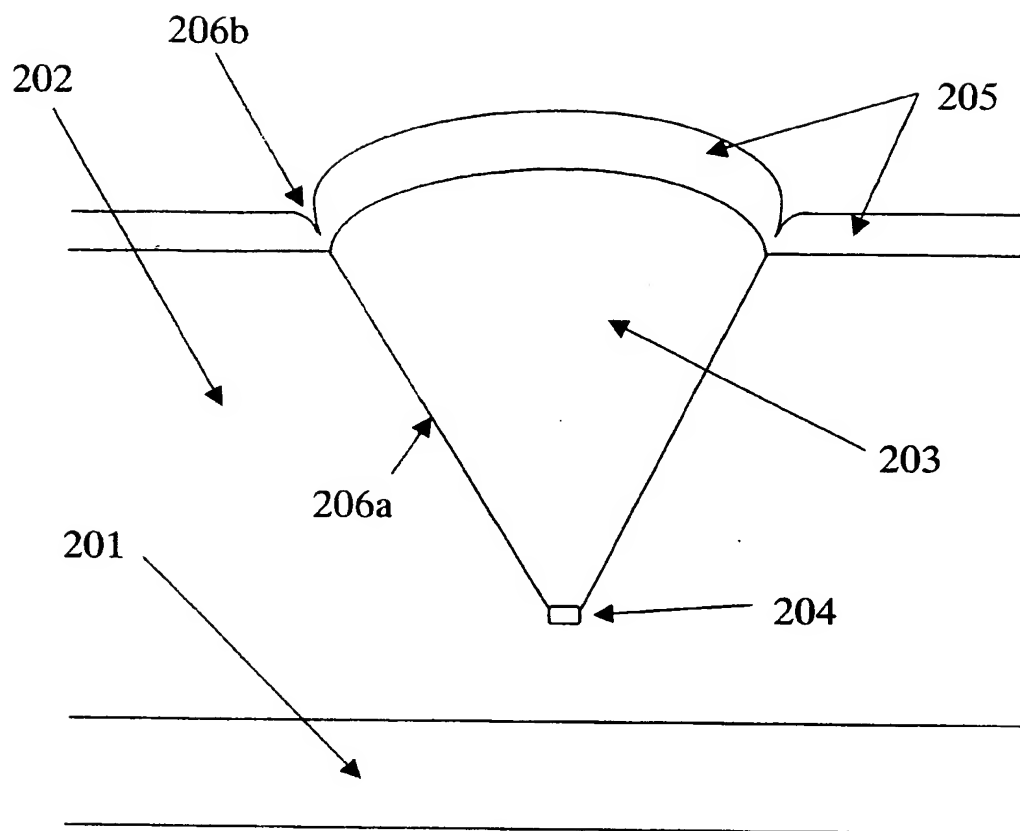
A 画像露光（アナログ光、或いはデジタル光）

【書類名】 図面

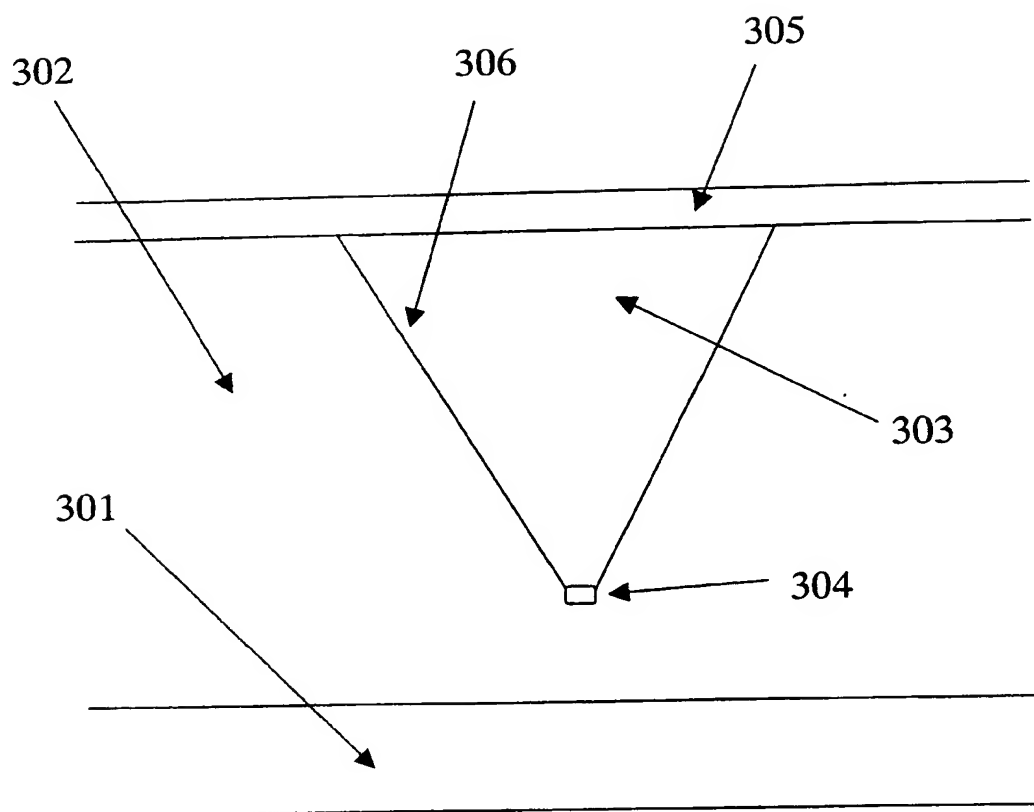
【図 1】



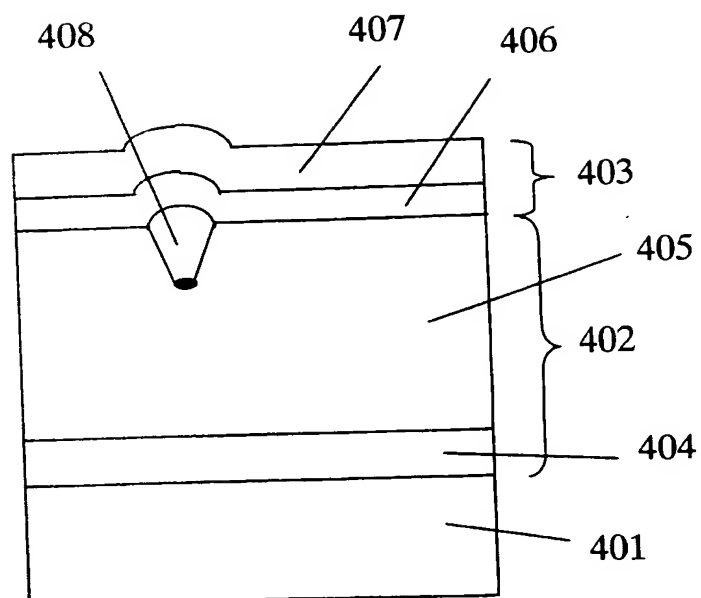
【図 2】



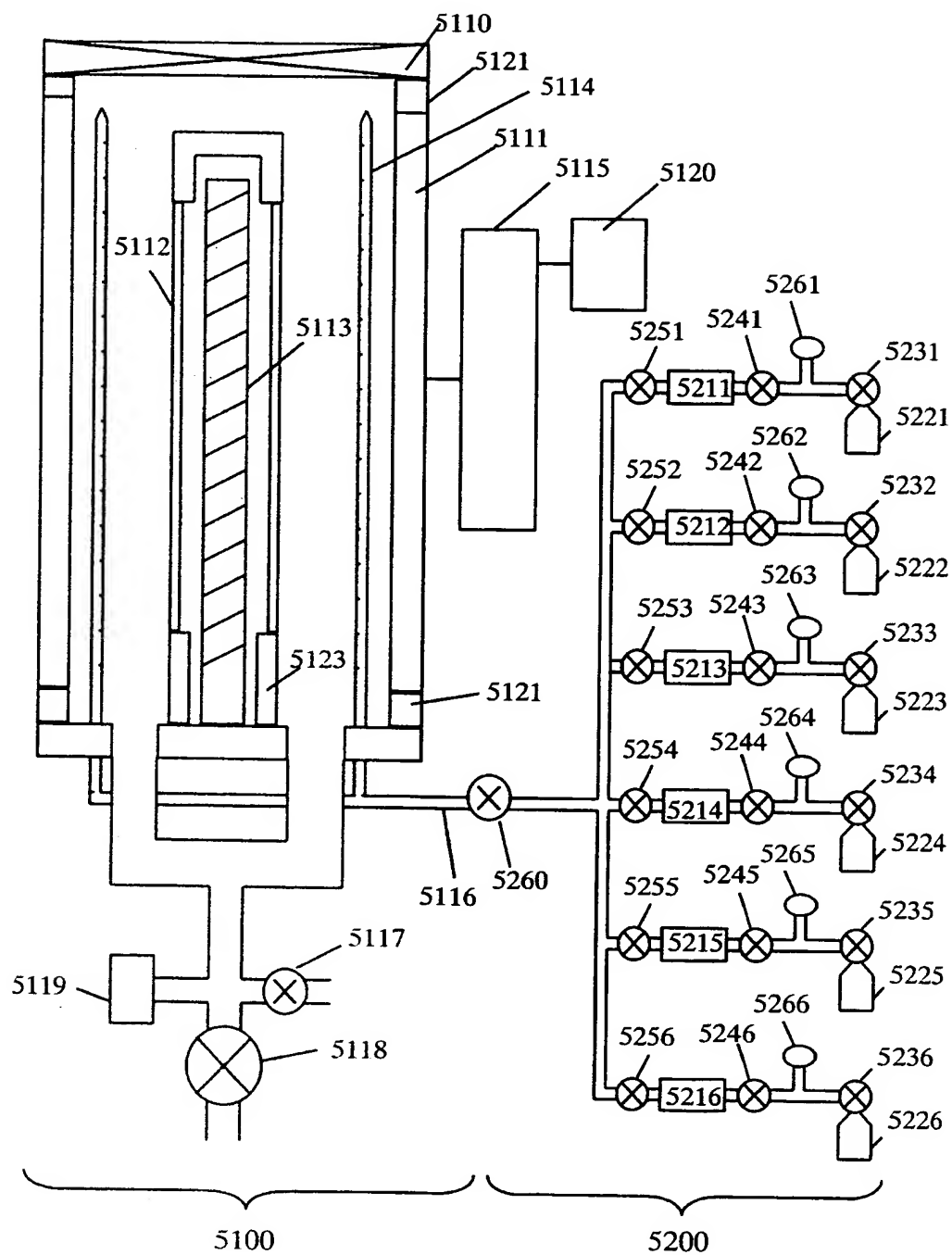
【図 3】



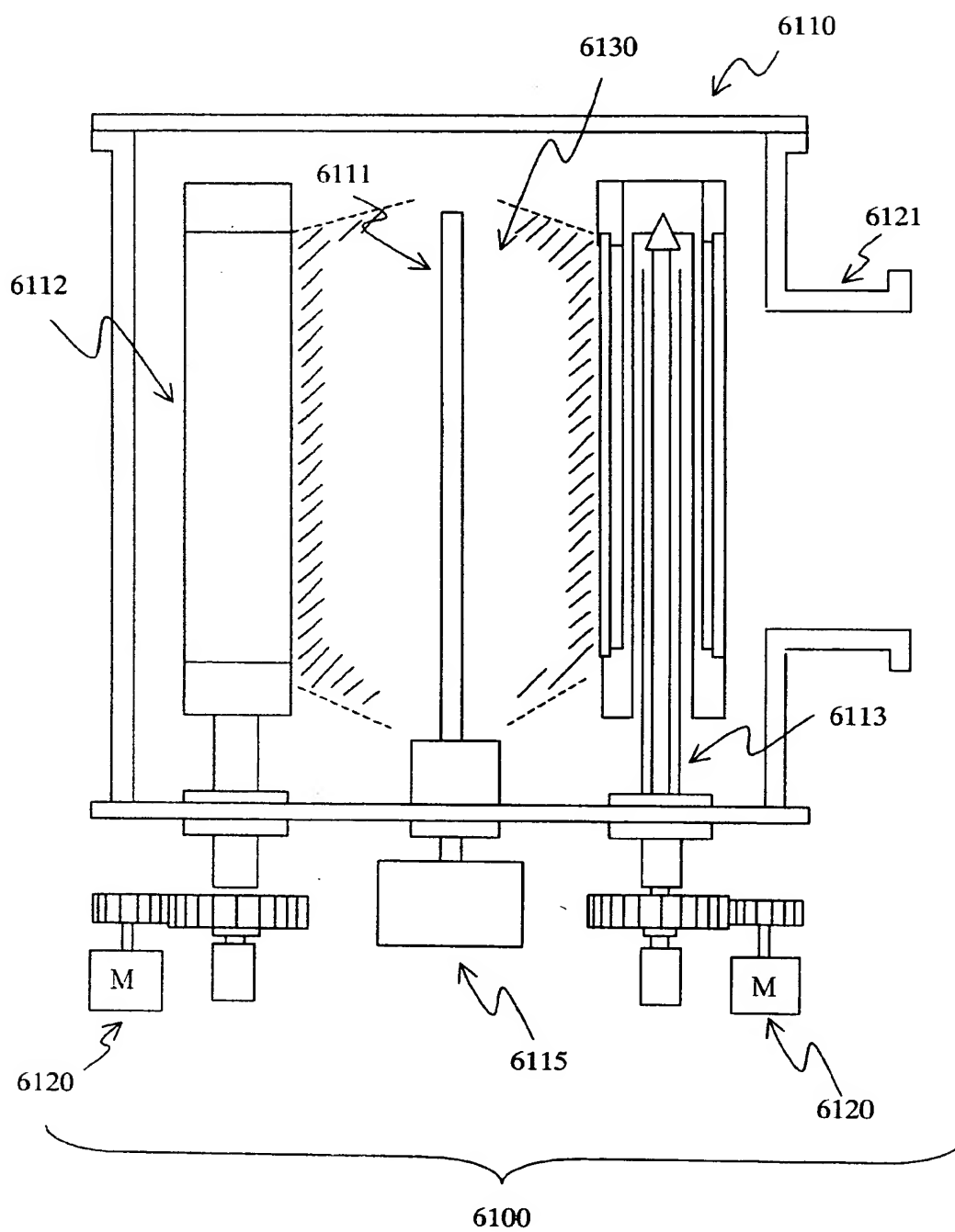
【図 4】



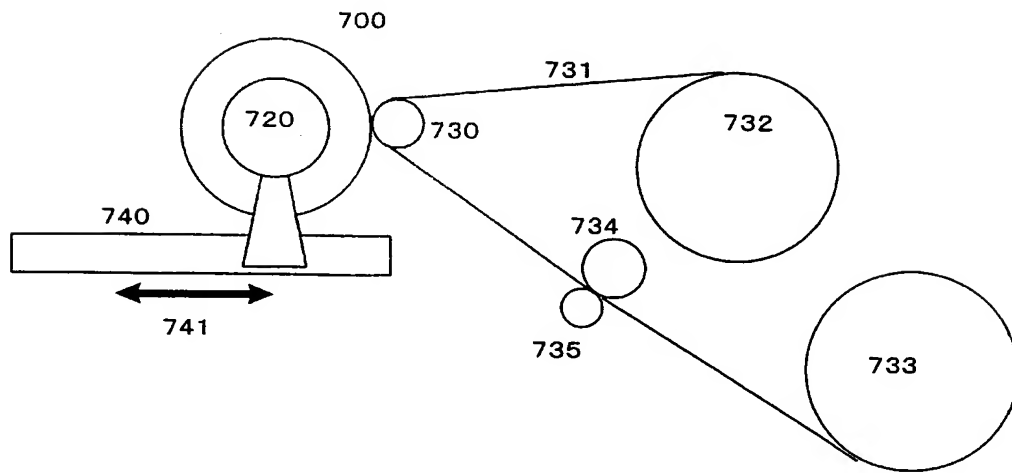
【図 5】



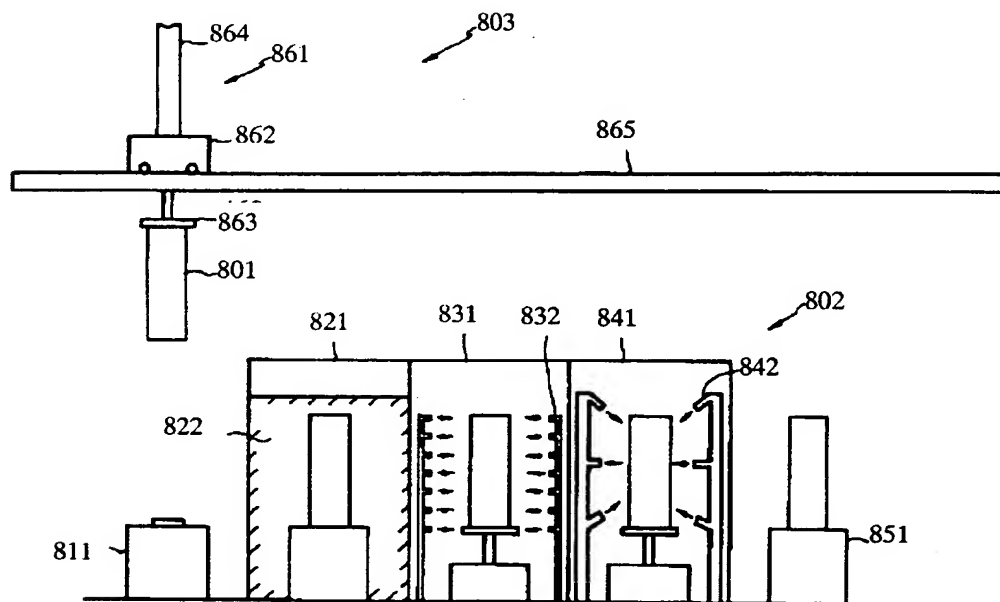
【図 6】



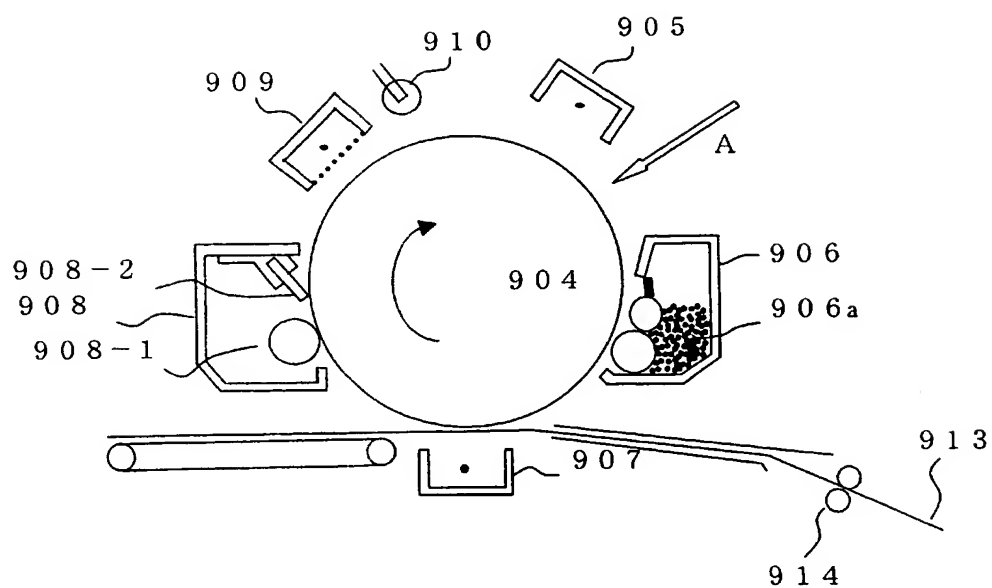
【図 7】



【図 8】



【図 9】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、感光体表面に球状突起 2 0 3 と呼ばれる異常成長部分が存在しても、それが画像上に現れず、画像欠陥を大幅に改善させることができる電子写真感光体の製造方法を提供する。

【解決手段】 非単結晶材料からなる層を含む電子写真感光体の製造方法において、第 1 ステップとして、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な成膜炉内に導電性の表面を有する基体 2 0 1 を設置し、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、該基体上に少なくとも、非単結晶材料からなる第 1 の層 2 0 2 を堆積する工程と、第 2 ステップとして、第 1 の層を堆積した基体を大気に晒す工程と、第 3 ステップとして、成膜炉内で少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、該第 1 の層上に非単結晶材料から成る上部阻止層 2 0 5 を含む第 2 の層を堆積させる工程とを有することを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

【選択図】 図 2

特願 2 0 0 2 - 2 2 6 2 6 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 1 0 0 7]

1. 変更年月日
[変更理由]

1 9 9 0 年 8 月 3 0 日
新規登録

住 所
氏 名

東京都大田区下丸子 3 丁目 3 0 番 2 号
キヤノン株式会社